



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **03296651 A**(43) Date of publication of application: **27.12.91**

(51) Int. CI

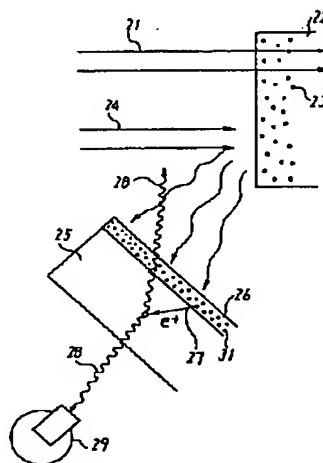
**G01N 23/18**(21) Application number: **02100957**(22) Date of filing: **16.04.90**(71) Applicant: **MITSUBISHI ELECTRIC CORP**(72) Inventor: **AKIYAMA HAJIME****(54) METHOD FOR INSPECTING RADIO ACTIVATION OF LATTICE DEFECT MATERIAL****(57) Abstract:**

**PURPOSE:** To integrate a positron radiation source without imparting an irradiation damage to a material to be inspected and to perform measurement in a high temp. state by separating a process for activating a material to be irradiated and a process applying the activated material to be irradiated to the material to be inspected by vapor deposition.

**CONSTITUTION:** For example,  $^{54}\text{Fe}$  is used as a material 22 to be irradiated and high energy (Eg) ion beam, high Eg electron beam or high Eg X-rays 21 is irradiated with high Eg ion beam  $^2\text{H}^+$  of about 8 MeV or more and  $^{55}\text{Co}$  is formed as an activated part 23 by  $^{54}\text{Fe}(\text{d}, \text{n})^{55}\text{Co}$  reaction. This  $^{55}\text{Co}$  has the characteristic of the max. Eg 1.02 MeV of a positron having a 17.5 hr half-life. Next,  $\text{Ar}^+$  is irradiated with low Eg ion beam 24 of 10 keV and a vapor deposition film 26 containing a large number of positron sources 31 is formed on the surface of a material 25 to be inspected. This material 25 to be inspected is received in an electric furnace to be set to an arbitrary temp. state and the positrons 27 discharged from the sources in the vapor deposition film 26 are caught between crystal

lattices or by a flaw and discharged annihilation  $\gamma$ -rays 28 are caught by a semiconductor detector 29 and the Eg spectrum thereof is evaluated to evaluate the concn. of the flaw.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&amp;Japio





(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

第2589398号

(45)発行日 平成9年(1997)3月12日

(24)登録日 平成8年(1996)12月5日

(51)Int.Cl.<sup>9</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

G 0 1 N 23/221

G 0 1 N 23/221

請求項の数1(全 6 頁)

(21)出願番号 特願平2-100957

(22)出願日 平成2年(1990)4月16日

(65)公開番号 特開平3-296651

(43)公開日 平成3年(1991)12月27日

(73)特許権者 999999999

三菱電機株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目2番3号

(72)発明者 秋山 肇

兵庫県伊丹市瑞原4丁目1番地 三菱電

機株式会社エル・エス・アイ研究所内

(74)代理人 弁理士 吉田 茂明 (外2名)

審査官 白石 光男

(54)【発明の名称】 格子欠陥材料放射化検査方法

1

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】被照射材料に高エネルギーイオン線、高エネルギー電子線又は高エネルギーX線を遠隔照射し、核反応・光核反応によつて被照射材料の一部を短寿命の陽電子放出源(R1)に放射化する第1の工程と、上記被照射材料に低エネルギーイオン線を照射することにより放射化された上記材料の一部を被検査材料の表面に蒸着する第2の工程を踏まえた上で、上記陽電子放出源より放射される陽電子が上記被検査材料中で減速消滅して放出する消滅 $\gamma$ 線のエネルギースペクトルを測定し、そのエネルギースペクトル幅の広がりから任意の温度状態における上記被検査材料の欠陥濃度を遠隔測定することを特徴とする格子欠陥材料放射化検査方法。

【発明の詳細な説明】

〔産業上の利用分野〕

2

この発明は半導体等、機能材料の格子欠陥濃度を遠隔的に測定する格子欠陥材料放射化検査方法に関するものである。

〔従来の技術〕

第3図は陽電子を用いた従来の第1の格子欠陥濃度検査方法を示す概念図であり、図において、(1)は陽電子線源、(2)は陽電子、(3)は被検査材料、(4-a)は格子間位置、(4-b)は欠陥位置、(5-a)、(5-b)は消滅 $\gamma$ 線、(6)は半導体検出器である。陽電子線源(1)に例えば<sup>53</sup>Feを用いた場合、最高2.5MeVのエネルギーを持った陽電子(2)が放出され、シリコン等の被検査材料(3)に照射される。陽電子(2)は被検査材料(3)中において周囲の電子との非弾性衝突によりエネルギーを失い減速され、最終的に熱化陽電子となつて格子間位置(4-a)や欠陥位置

## 3

(4-b)等で電子と対消滅を起こし、消滅 $\gamma$ 線(5-a)、(5-b)を各々2本ずつ放出する。上記検査方法は欠陥濃度の相違によつて消滅 $\gamma$ 線(5-a)、(5-b)のエネルギースペクトルが変化することを利用したものである。以下にその原理を説明する。

一般に陽電子と電子が消滅すると、アインシュタインの関係式に従い静止質量と運動エネルギーを光子として放出する。この時エネルギー保存則から放出された $\gamma$ 線の全エネルギーは

$$E_{\gamma} = 2mc^2 + E_- + E_+ \quad \dots (1)$$

で示される。ここで $m$ は電子及び陽電子の質量、 $c$ は光速、 $E_-$ は電子の運動エネルギー、 $E_+$ は陽電子の運動エネルギーで、 $E_+$ は電子のそれに対して十分小さいので無視できる。いま2本の $\gamma$ 線が放出された場合を考えると実験室系では $\gamma$ 線のエネルギー $E_{\gamma}$ はドップラー効果により電子の運動エネルギー分だけ広がりを持つ。すなわち

$$E_{\gamma} = mc^2 (1 \pm v \cdot \cos \theta / 2c) \quad \dots (2)$$

ここで $v$ は消滅した電子の速度であり、 $\theta$ は $\gamma$ 線と電子の運動方向のなす角である。いま電子のエネルギーが4eVであるとする(2)式の第2項は2KeVになる。即ち陽電子によつて電子の運動エネルギーが約500倍に増幅されたことになる。最近の半導体検出器の分解能の半幅(FWHM)は約1KeVなので数eVの電子エネルギーに対応する運動量分布は十分検出可能である。

以上の陽電子消滅機構を踏まえた上で、完全結晶中で消滅した場合と、格子欠陥内で消滅した場合での各々の消滅 $\gamma$ 線のエネルギースペクトルを第4図及び第5図に示す。第4図は完全結晶中で消滅した陽電子による消滅 $\gamma$ 線のエネルギースペクトルを示したものである。陽電子は正の電荷を持っているので、クーロン相互作用の為にイオン殻から反発力を受ける。このため完全結晶中では格子間位置で消滅する確率が高い。伝導電子は運動エネルギーが比較的小さいことによりその消滅 $\gamma$ 線のエネルギー幅は小さいが、内殻電子は運動エネルギーが比較的大きいことにより、その消滅 $\gamma$ 線のエネルギー幅は広くなる。(2)式による)今、全カウント数 $A$ 、 $E_{\gamma} = 511$  KeV近傍でのカウント数 $C$ により

$$S = C/A \quad \dots (3)$$

を定義し、 $S$ パラメータと呼称する。 $S$ パラメータはドップラー拡がりの中心部分を全体のカウントで割つたもので、伝導電子の寄与を全体のカウントで規格化するものである。上記パラメータは完全結晶を仮定すると材質によつて特定の値を持つものである。第5図は空孔型格子欠陥濃度の比較的高い試料における消滅 $\gamma$ 線のエネルギースペクトルを示したものである。空孔型格子欠陥が存在すると陽電子はこれに捕獲され、内殻電子との消滅確率は下がり、伝導電子との消滅確率は上がる。このためドップラー拡がりは完全結晶中での陽電子消滅の場合に比較して尖鋭化し、 $S$ パラメータの値は増加する。こ

## 4

の変化を利用して空孔型格子欠陥濃度を評価することが可能である、高感度の検査方法として実用化されている。

次に従来の第2の格子欠陥濃度検査方法として特許公報(昭60-1577)に示された例を説明する。

この検査方法は高エネルギーX線又は高エネルギー電子線を被検査材料に遠隔照射し、被検査材料をほぼ均一に陽電子放射線源に放射化することにより、陽電子を被検査材料中にほぼ均一に発生させることを可能とし、従来の陽電子の外部照射による方法のように被検査材料の表面層だけでなく、又表面層の状態に左右されることなく被検査材料全体の平均欠陥濃度を任意の温度状態において行なえるようにすることを目的とするものである。

第6図及び第7図は上記方法に係るもので、第6図は被検査材料へ高エネルギーX線又は高エネルギー電子線を照射する状況を示す側面図、第7図は消滅 $\gamma$ 線測定室の模式断面図である。図において、(10)は高エネルギーX線又は高エネルギー電子線であり、被検査材料(11-a)に数分間照射することにより放射化させる。この直後にコンベア等により消滅 $\gamma$ 線測定室(12)に移送され、電気炉(13)内に収納され任意の温度状態に設定される。(14)は放射線遮蔽の為に鉛シールド、(15)は熱遮蔽の為に水ジャケット又はアルミ箔等である。又電気炉(13)及び鉛シールド(14)の開口部外側には半導体検出器(16)が設置されており、放射化された被検査材料(11-b)より放出された消滅 $\gamma$ 線(17)のエネルギーを測定する。エネルギースペクトルの解釈は第3図の従来例で述べた主旨と同一である。

[発明が解決しようとする課題]

従来の第1の格子欠陥濃度検査方法は以上のように構成されているので、外部照射用陽電子線源を用いなければならない。従来、上記陽電子線源としては $^{22}\text{Na}$ 、 $^{64}\text{Cu}$ 、 $^{68}\text{Cu}$ 、 $^{19}\text{Ne}$ 等が使用されているが、 $^{19}\text{Ne}$ 以外のこれら陽電子線源は長寿命の非密封の陽子線源が多く、使用条件に厳しい制限力があり、高温状態での欠陥濃度測定に利用できるのは上記陽電子線源と被検査材料との化学反応や陽電子線源の蒸発等を避けるために不活性気体元素の $^{19}\text{Ne}$ に限られるという問題点があった。又従来の第2の格子欠陥濃度検査方法は被検査材料がシリコン等の機能材料である場合、放射化を行なう為に照射した高エネルギーX線又は高エネルギー電子線によつて生成される格子欠陥が無視できない濃度になるため低濃度欠陥の評価を行なうことが困難であるという問題点があった。

この発明は上記のような問題点を解消する為になされたもので、高温状態にある被検査材料の格子欠陥濃度を広い範囲にわたつて評価できる格子欠陥材料放射化検査方法を得ることを目的とする。

[課題を解決するための手段]

この発明に係る格子欠陥濃度検査方法は予め被照射材料に高エネルギーイオン線、高エネルギー電子線又は高

## 5

エネルギーX線を遠隔照射し、核反応・光反応によつて被照射材料の一部を短寿命の陽電子放出源(RI)に放射化する第1の工程と、上記被照射材料に低エネルギーイオン線を照射することにより放射化された同材料の放射化部分を被検査材料の表面に蒸着する第2の工程を踏まえた上で、上記陽電子放出源より放射される陽電子が上記被検査材料中で減速消滅して放出する消滅 $\gamma$ 線のエネルギースペクトルを測定し、そのエネルギースペクトルの幅の広がりから任意の温度状態における上記被検査材料の欠陥濃度を遠隔測定する。

## 〔作用〕

この発明における格子欠陥濃度検査方法は被照射材料を放射化する第1の工程と、放射化された被照射材料を被検査材料に蒸着する第2の工程を分離することにより被検査材料に照射損傷を与えることなく、陽電子線源と一体化させ、かつ高温状態での測定も可能にすることができる。

## 〔実施例〕

以下、この発明の一実施例を図について説明する。第1図は格子欠陥材料放射化検査方法を示す概念図である。図において(21)は高エネルギーイオン線、高エネルギー電子線又は高エネルギーX線、(22)は被照射材料、(23)は被照射材料(22)の放射化部分、(24)は低エネルギーイオン線、(25)は被検査材料、(26)は蒸着膜、(27)は陽電子、(28)は消滅 $\gamma$ 線、(29)は半導体検出器、(31)は陽電子源である。

被検査材料(25)としてシリコンについて、その格子欠陥濃度を測定する時、例えば $^{54}\text{Fe}$ を被照射材料(22)とし、高エネルギーイオン線、高エネルギー電子線又は高エネルギーX線(21)に8MeV以上の高エネルギーイオン線 $^2\text{H}^+$ を照射すると、 $^{54}\text{Fe}(\text{d}, \text{n})^{55}\text{Co}$ 反応により放射化部分(23)として $^{55}\text{Co}$ が生成される。これは半減期17.5hr陽電子の最大エネルギー1.02MeVの特性をもつたものである。続いて $\text{Ar}^+$ を低エネルギーイオン線(24)として10KeVで照射し、被検査材料(25)の表面に陽電子源(31)を多数含んだ蒸着膜(26)を形成する。次に第7図の従来例に示したような電気炉(13)中に収納して任意の温度状態に設定した後、蒸着膜(26)中の陽電子源(31)から放出される陽電子(27)が結晶格子間又は欠陥に捕獲された後放出する消滅 $\gamma$ 線(28)を半導体検出器(29)でとらえ、そのエネルギースペクトルを評価することにより、欠陥濃度を評価することが可能である。尚、 $^{55}\text{Co}$ の半減期17.5hrは比較的短寿命であるが、温度設定までにかかる一連の作業時間に比較すれば長いので放射能の減衰は少なく十分精度の高い検査が可能である。又陽電子(27)の最大エネルギー1.02MeVにおけるシリコン中平均飛程は約2000 $\mu\text{m}$ であり、被検査材料(25)の平均的な欠陥濃度の情報を引出すには十分である。

## 6

上記実施例においては被照射材料(22)に $^{54}\text{Fe}$ を採用したが、放射化によつて放射化部分(23)を生成する元素は多数あるので、蒸着後の化学的安定性等が良い元素を選べば、より広い環境条件下での欠陥濃度測定が可能になる。

又被検査材料(25)としてシリコンを例にあげたが他の機能材料(GaAs, InP, GaP等)についても蒸着工程の最適化を行なえば同様な評価が可能になる。

以上に述べた消滅 $\gamma$ 線(28)のエネルギースペクトル幅の広がりから欠陥濃度を求める方法の他に第2の検査方法として陽電子(27)の寿命を測定することにより欠陥の種類及び濃度を測定してもよい。

その原理を第2図に示す。陽電子源(31)において $\beta^+$ 崩壊が起こると陽電子(27)と同時に崩壊 $\gamma$ 線(30)が放出される。これが半導体検出器(29)によつて検出された時刻を基準として一方の陽電子(27)が格子欠陥に捕獲され、後に放出される消滅 $\gamma$ 線(28)が半導体検出器(29)によつて検出されるまでの時間を陽電子(27)の寿命と定義すると、欠陥の種類によつて陽電子(27)が捕獲状態にある時間が異なることより、陽電子(27)の寿命分布によつて欠陥の種類が特定できるものである。

## 〔発明の効果〕

以上のように、この発明によれば、被照射材料を陽電子源に放射化する工程と、放射化された被照射材料を被検査材料の表面に蒸着する工程を分離したため、被検査材料が損傷を受けることなく陽電子源を含んだ蒸着膜と一体化でき、高温状態での欠陥濃度を従来より低濃度の範囲から測定できる効果がある。

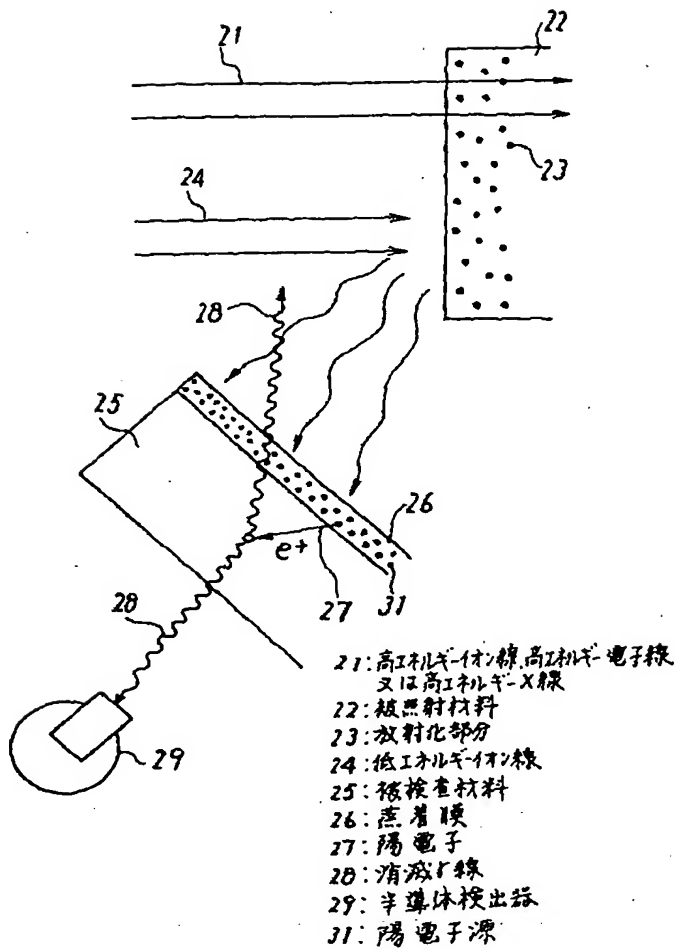
## 【図面の簡単な説明】

第1図はこの発明の一実施例による格子欠陥材料放射化検査方法を示す概念図、第2図はこの発明の他の実施例による格子欠陥材料放射化検査方法を示す概念図、第3図は従来の第1の格子欠陥濃度検査方法を示す概念図、第4図は完全結晶中で消滅した陽電子による消滅 $\gamma$ 線のエネルギースペクトルを示すグラフ図、第5図は空孔型欠陥濃度の比較的高い試料における消滅 $\gamma$ 線のエネルギースペクトルを示すグラフ図、第6図及び第7図は従来の第2の格子欠陥濃度検査方法を示すもので、第6図は被検査材料へ高エネルギーX線又は高エネルギー電子線を照射する状況を示す側面図、第7図は消滅 $\gamma$ 線測定室の模式断面図である。

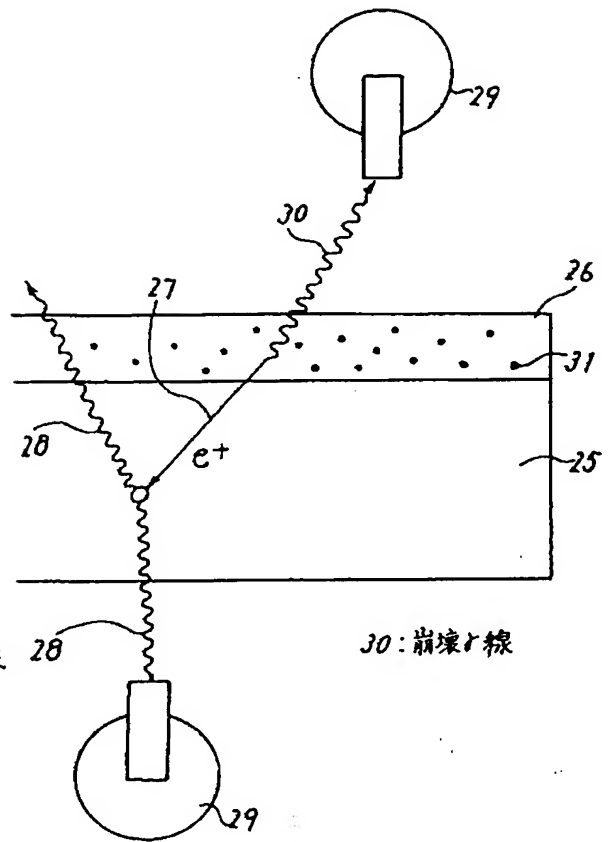
図において、(21)は高エネルギーイオン線、高エネルギー電子線又は高エネルギーX線、(22)は被照射材料、(23)は放射化部分、(24)は低エネルギーイオン線、(25)は被検査材料、(26)は蒸着膜、(27)は陽電子、(28)は消滅 $\gamma$ 線、(29)は半導体検出器、(30)は崩壊 $\gamma$ 線、(31)は陽電子源である。

なお、図中、同一符号は同一、又は相当部分を示す。

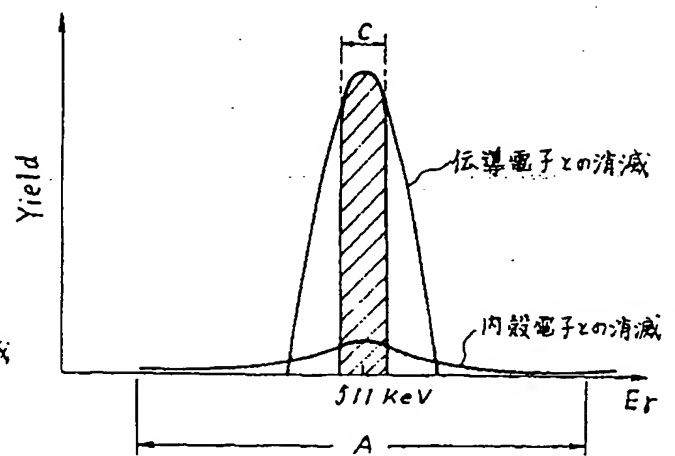
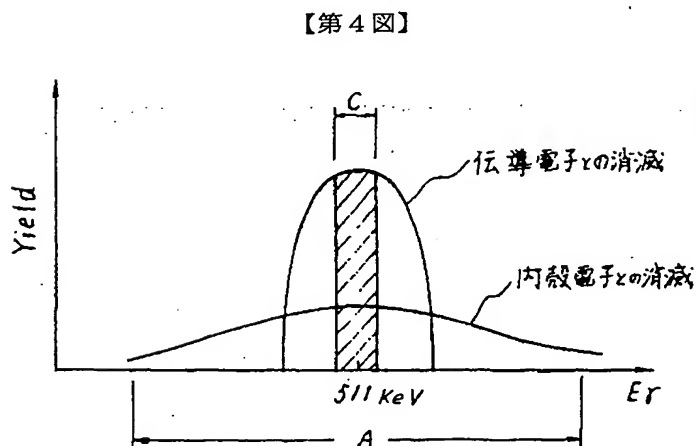
【第1図】



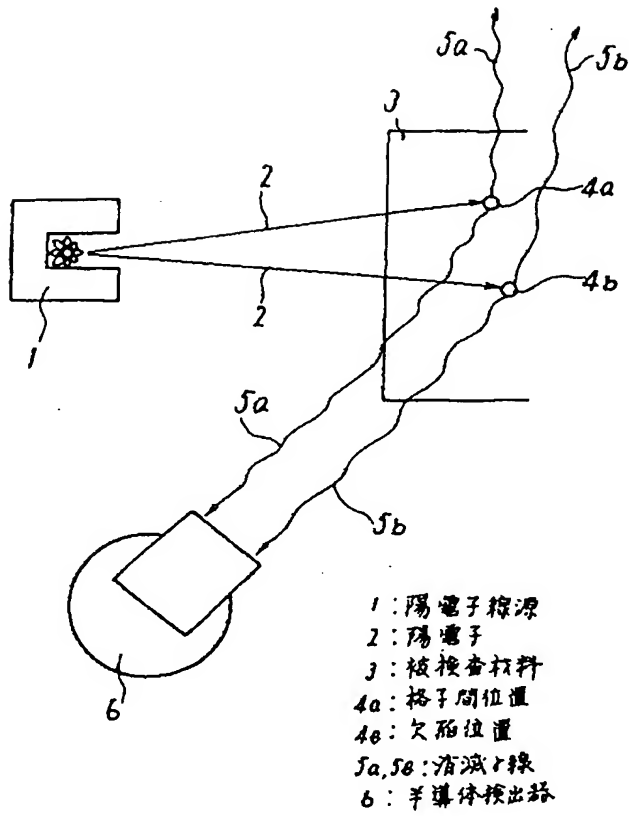
【第2図】



【第5図】

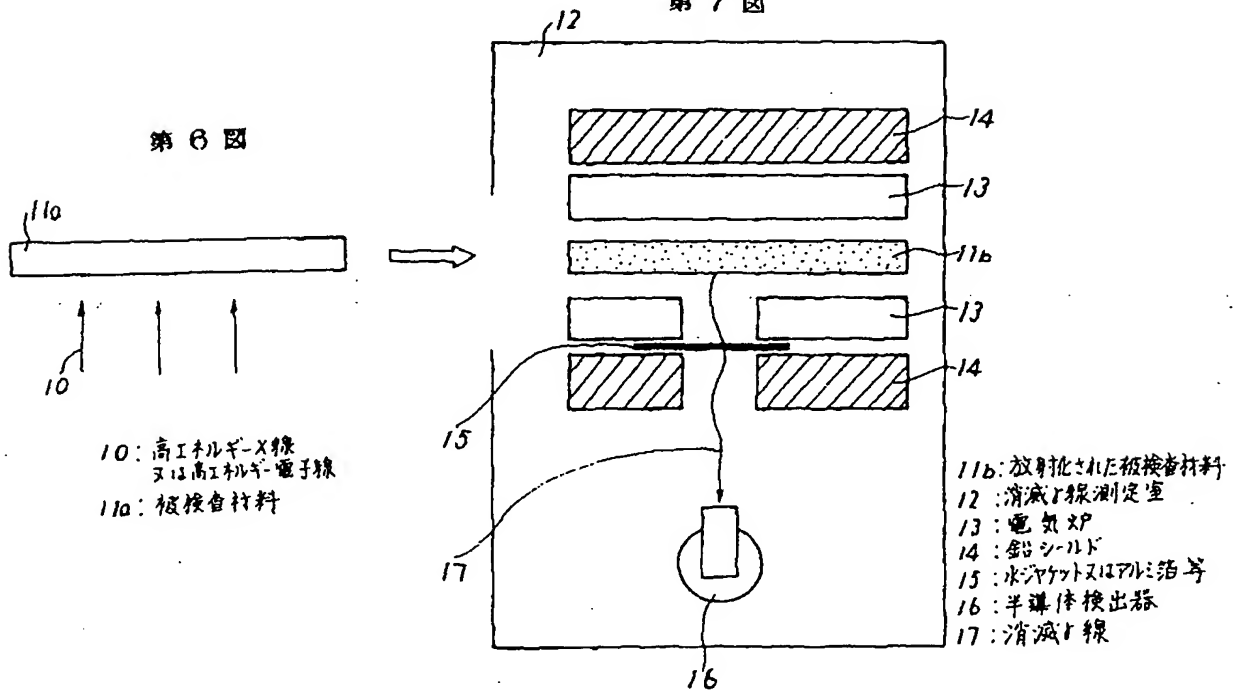


【第3図】



【第6図】

第7図



【第7図】

